SVERIGE

## (12) UTLÄGGNINGSSKRIFT

[B] (21) 8404949-3

(19) SE

(51) Internationall klass 4 0218

1/02

D21B 1/16

454 185



(44) Ansökan utlagd och utläggningsakriften publicered

(11) Publiceringsnummer 88-04-11

84-10-03

(41) Ansökan allmänt tillgänglig

84-10-03

(22) Patentaneokan inkom 80-05-22

Ansöken inkommen som:

PATENTVERKET (62) Stamansökans nummer 7905990-3

(85) International Ingivningsdag

(86) Ingsvningsdag för ensöken om europaiskt patent

(30) Prioritetsuppgifter

🔀 svansk patentansökan

🔲 fullföljd Internationell patentansokan med nummer

omvandlad europeisk patentansokan med nummer

(71) Sõkende AGA AB, 181 81 Lidingö SE

(24) Lopdag

(72) Uppfinnare H. Norrström, R. Andersson, K. Idner , Täby, Sollentuna, Danderyd

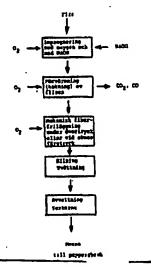
(74) Ombud Karlzen 8

Förbehandling av lignocellulosamaterial med oxygengas (54) Benämning vid framställning av kemimekanisk massa

(56) Anförda publikationer: NO 115 279(D21C 9/153) SE 354 492(D21C 9/147) Andra publikationer: Norsk Skogsindustri 22(1968): 2, p 46-52, N. Soteland, "The Effect of ozone on some properties of high jield pulps"

(57) Sammandrag:

Ett sätt att framställa pappersmassa i högt utbyte för att åstadkomma styrkeförbättring och ökad vätskeupptagning hos det färdiga papperet, varvid ett lignocellulosamaterial behandlas i vätske- eller gasfas i alkalisk miljö, varvid behandlingen sker i närvaro av oxygengas. Behandlingen kan utföras på materialet i form av ved, vedflis, spån samt på helt eller delvis frilagda fibrer, Behandlingen sker i en sådan kombination av behandlingstid, temperatur, kemikaliesatsning, syrgastryck och massakoncentration att ett massautbyte, dve förhållandet mellan utvunnen fibermängd och immatad materialmängd, atörre än 80%, företrädesvis inom intervallet 80-95% erhålles. Med massakoncentration avses förhållandet mellan mangd fibermaterial och total material- och vätskemängd.



. ت

Föreliggande uppfinning avser ett sätt vid framställning av pappersmassa i högt utbyte för att åstadkomma styrkeförbättring och/eller ökad vätskeupptagning hos det färdiga papperet, varvid ett lignocellulosamaterial behandlas i vätskeeller gasfas i alkalisk miljö i närvaro av oxygengas.

Det är välkänt att mekaniska massor i högt utbyte kan modifieras genom oxidation, sulfonering, delignifiering etc så att utbyte och egenskaper hos massorna påverkas.

I de försök som rapporterats i litteraturen avseende behandling av mekaniska massor med oxygengas har emellertid avsikten varit att framställa pappersmassor med ett utbyte mer jämförbart med kemiska massor, dvs ett utbyte av 50-65%. Framställning av kemiska massor (utbytesnivå 50-65%) genom behandling av flis med syrgas i alkalisk miljö har redan beskrivits i många arbeten som t ex i publikationen Tappi, Vol. 61, No. 12, Dec. 1978, s 40-42, "Oxygen pulping of hardwoods and softwoods under oxygen-rich conditons". Vid kemisk massaframställning löses huvuddelen av vedens lignin ut för att efter kompletterande behandling med blekmedel få ett mycket ljust och starkt papper.

Det förfaringssätt som beskrivs i föreliggande patentansökan syftar till framställning av massa i mycket högt utbyte (80-95%) och alltså minimering av substansförlusten. Dessa massor har normalt dåliga styrkeegenskaper och låg ljushet och därav relativt begränsad användning. Genom behandling med syrgas i alkalisk miljö uppnås en god styrka och ljushetsförbättring utan att substansförlust uppstår. Detta finns icke tidigare beskrivet i litteraturen eller är icke allmänt känt genom exempelvis öppen utövning.

Enligt föreliggande uppfinning erhålles sålunda en pappersmassa i högt utbyte med goda styrkeegenskaper och/eller ökad vätskeupptagning hos det färdiga papperet. Föreliggande uppfinning kännetecknas av att behandlingen av lignocellulosamaterialet med oxygengas utföres i ett förbehandlingssteg och eventuellt i ett efterföljande defibreringssteg, och sker i sådan kombination av behandlingstid, temperatur, kemikaliesatsning, oxygengastryck och massakoncentration (förhållandet mellan mängd fibermaterial och total material- och vätskemängd) att ett massautbyte, dvs förhållandet mellan utvunnen fibermängd och inmatad materialmängd, större än 80%, företrädesvis inom intervallet 80-95%, erhålles, varvid behandlingen genomförs med 1-200 kg alkali per ton torr massa med NaOH, Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, Mg(OH)<sub>2</sub>, MgCO<sub>3</sub> som alkalikälla vid en temperatur mellan 20 och 200°C, vid ett oxygentryck av 1-10 kg/cm², vid en massakoncentration i området 1-50% och under en behandlingstid av högst 60 minuter. Uppfinningen kännetecknas vidare av att behandlingen utföres på materialet i form av ved, vedflis, spån samt på helt eller delvis frilagda fibrer, att mellan behandlingsstegen införs ytterligare processteg såsom exempelvis tvättning, fiberfriläggning eller annan kemisk behandling, och att behandlingen utförs i närvaro av katalysatorer eller inhibitorer såsom metallsalter, metallkomplex eller komplexbildare. Uppfinningen kommer närmare att beskrivas i anslutning till bifogade ritningar.

<u>Pig. 1</u> visar schematiskt uppbyggnaden av en anläggning för framställning av massa i högt utbyte med förbehandling genom impregnering och förvärmning i närvaro av alkali och oxygengas och med fiberfriläggning i närvaro av oxygengas under övertryck eller vid atmosfärtryck.

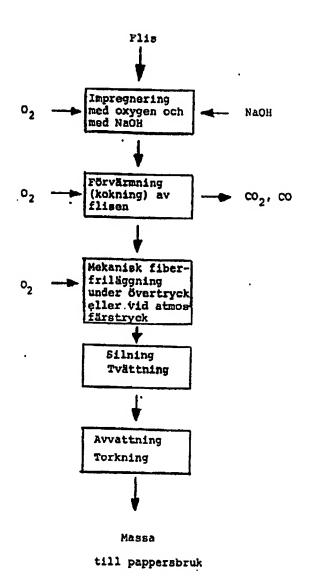
<u>Fig. 2</u> visar schematiskt ett exempel på en anläggning där det angivna förfaringssättet användes. Vedflisen 1 föres via en flistvättanordning 2 till en impregneringsanordning 3, där vedflisen impregneras med NaOH, vilken har mättats med oxygengas genom att ett övertryck på upp till 20 kg/cm<sup>2</sup> (2MPa) bibehålles under impregneringen. Flisen överföres därefter till

ett förvärmningskärl 4, där uppehållstid, temperatur och oxygentryck kan väljas på optimalt sätt. Det är därvid lämpligt att halten av utvecklade nedbrytningsprodukter CO2, CO kan kontrolleras. Eftersom oxidationsreaktionerna är exoterma är detta förvärmningskärl försett med möjligheter till temperaturkontroll. Alternativt kan impregneringen och förvärmningen förenas till en operation. Detta processteg arrangeras då lämpligen så att en kontinurlig genomströmning av kokvätska kan ske. Pör att få lämplig sammansättning på kokvätskan regenereras denna alternativt ersätts med "färsk" kokvätska innan den återförs till det kombinerade processteget. Efter förbehandlingen överförs den delignifierade och mjukgjorda vedflisen till en skivkvarn 5, där den mekaniska fiberfriläggningen kan ske under tillsättning av oxygengas vid relativt måttlig energisats. Fiberfriläggningen kan därvid utföras vid atmosfärstryck eller under övertryck. Den framställda pappersmassan kan sedan på konventionellt sätt vid mekanisk massaframställning renas, avvattnas och torkas alternativt direkt föras till det integrerade pappersbruket för slutlig behandling. På fig. 2 visas hur massan efter skivkvarnen 5 bringas att passera bl a raffinören 7 och därefter medförs i ett Latencykar 8 för spädning och omröring. Därefter kan massan passera en silanordning 9 och en urvattnare 10 för att sedan transporteras till pappersbruket. Från silamordningen återförs via en urvattnare 12 och en s k rejektraffinör 13 på känt sätt en del av produkten till Latencykaret 8.

## PATENTKRAV

- Sätt vid framställning av kemimekanisk massa i högt utbyte för att åstadkomma styrkeförbättring och/eller ökad vätekeupptagning hos det färdiga papperet, varvid ett lignocellulosamaterial behamilas i vätske- eller gasfas i alkalisk miljö i närvaro av oxygengas, kännetecknad av, att behandlingen med oxygengas utföres i ett förbehandlingssteg och eventuellt i ett efterföljande defibreringssteg och sker i en sådan kombination av behandlingstid, temperatur, kemikaliesatsning, oxygentryck och massakoncentration (förhållandet mellan mängd fibermaterial och total material- och vätskemängd), att ett massautbyte, dvs förhållandet mellan utvunnen fibermängd och inmatad materialmängd, större än 80%, företrädesvis inom intervallet 80-95%, erhålles, varvid behandlingen genomförs med 1-200 kg alkali per ton torr massa med NaOH, Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, Mg(OH)<sub>2</sub>, MgCO<sub>3</sub> som alkalikälla vid en temperatur mellan 20 och 200°C, vid ett oxygentryck av 1-10 kg/cm2, vid en massakoncentration i området 1-50% och under en behandlingstid av högst 60 minuter.
- 2. Sätt enligt kravet 1, k ä n n e t e c k n a t av, att behandlingen uföres på materialet i form av ved, vedflis, spån samt på helt eller delvis frilagda fibrer.
- 3. Sätt enligt kravet 1, kännetecknat av, att mellan behandlingsstegen införs ytterligare processteg såsom exempelvis tvättning, fiberfriläggning eller annan kemisk behandling.
- 4. Sätt enligt något av kraven 1-3, kännet ecknat av, att behandlingen utförs i närvaro av katalysatorer eller inhibitorer såsom metallsalter, metallkomplex eller komplexbildare.

3



Figur 1

